

BEST AVAILABLE COPY

## FORMATION OF THIN FILM

**Patent number:** JP3193868  
**Publication date:** 1991-08-23  
**Inventor:** ICHIKAWA SHOICHI others: 03  
**Applicant:** TOYOTA MOTOR CORP  
**Classification:**  
- international: C23C14/32; C23C14/34  
- european:  
**Application number:** JP19890331680 19891221  
**Priority number(s):**

[Report a data error here](#)

### Abstract of JP3193868

**PURPOSE:** To obtain a thin film with the variance in the cloudiness and sheet resistance value reduced at the time of forming a transparent conductive film on a substrate in high-frequency excited plasma by setting the supply power low at the initial film forming stage and then increasing the power to the desired value.

**CONSTITUTION:** High frequency excited plasma is produced by a controlled power, and a thin film is formed by ion plating or sputtering. In this case, the process is initiated in the high-frequency excited plasma produced in the region where the supply power is set lower than the desired power. The power is then increased, an initial film layer is formed until the desired power is supplied, and a normal film layer is formed on the surface of the initial film layer while the desired power is supplied. Consequently, the variations in the reflected power are reduced when the film forming is resumed, hence the plasma is stabilized, a nucleus is uniformly formed on the substrate surface, and the desired thin film is obtained.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Patent Abstracts of Japan

## ⑪ 公開特許公報 (A) 平3-193868

⑤Int.Cl.<sup>5</sup>  
C 23 C 14/32  
14/34識別記号 庁内整理番号  
9046-4K  
9046-4K

⑥公開 平成3年(1991)8月23日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

## ⑦発明の名称 薄膜の形成方法

⑧特 願 平1-331680  
⑨出 願 平1(1989)12月21日

⑩発明者 市川 彰一	愛知県豊田市トヨタ町1番地	トヨタ自動車株式会社内
⑩発明者 清水 達彦	愛知県豊田市トヨタ町1番地	トヨタ自動車株式会社内
⑩発明者 永見 哲夫	愛知県豊田市トヨタ町1番地	トヨタ自動車株式会社内
⑩発明者 米倉 陽子	愛知県豊田市トヨタ町1番地	トヨタ自動車株式会社内
⑪出願人 トヨタ自動車株式会社	愛知県豊田市トヨタ町1番地	
⑫代理人 弁理士 大川 宏		

## 明細書

## 1. 発明の名称

薄膜の形成方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) 制御された投入電力により発生する高周波励起プラズマ下で基板に薄膜を形成する薄膜の形成方法において、

成膜初期に該投入電力を目的電力より低く設定して該基板表面に初期成膜層を形成する初期成膜工程と、該投入電力を該目的電力に設定して初期成膜層表面に本成膜層を形成する本成膜工程と、を順次おこなうことを特徴とする薄膜の形成方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## [産業上の利用分野]

本発明は薄膜を基板上に形成する薄膜の形成方法に関する。

## [従来の技術]

従来、PVD法のイオンプレーティング法、スパッタリング法のように高周波励起プラズマを形成し蒸発源またはターゲットからの蒸発粒子と雰

囲気中に導入された酸素ガスを反応させて、基板上に透明導電性薄膜を形成する方法が知られている。

ところで、高周波励起プラズマの実効出力は、投入電力と反射電力との差と考えることができ、反射電力の値が小さい程実効出力は高くなる。またその実効出力の変動が小さい程形成されるプラズマは安定する。もしこのプラズマが不安定であると形成される薄膜には、結晶粒の粗大化により白濁が発生したり、酸素含有量の変動によりシート抵抗値のバラツキが起こり透明導電性薄膜としては好ましくない。また同一条件での成膜によつても再現性が得にくくなる。

そこで、プラズマを安定に発生させるために、高周波電力を装置内に有効に供給するためマッチング装置が設けられ、そのマッチングを自動的に補正するオートマッチング回路が組込まれた装置も市販されている。

しかし、高周波励起での反射電力の値およびプラズマの安定性は、プラズマが発生する空間の静

BEST AVAILABLE COPY

電容量、すなわち、容積の影響を受け易い。たとえば、蒸着室へ基板を挿入（インライン式装置の場合）した場合や、原料蒸発部のシャッターを開放（バッチ式装置の場合）した場合のように急激な静電容量の変化には、前記のオートマッキング回路があつてもコントロールが充分できずプラズマの安定性が失われて上記の不具合がおきる。

【発明が解決しようとする課題】

イオンブレーティング法や、スパッタリング法によって形成される透明導電性薄膜の特性を決定づける上で成膜初期の基板表面に結晶核が形成される段階が、非常に重要な役割を担っていることが知られている。

そのため初期成膜の段階で高周波励起プラズマが安定していないと、基板表面で均一に多数の核が形成されず結晶粒の粗大化や白渦を引き起こし、核発生数に面内の分布が生じて結晶の成長速度に差ができる。その結果、薄膜中の酸素含有量の分布が変動してシート抵抗値がバラツキてしまう。

このプラズマの乱れは、蒸着室への基板の挿入

やシャッターの開放にともなうプラズマ発生空間の静電容量の急激な変化の影響を受けることに基づいている。したがってこの初期の成膜時のプラズマを安定させるような工夫が必要である。

本発明はこの成膜初期のプラズマを安定化する方法について鋭意検討した結果得られたものであり、実効出力の変動の度合を少なくして、白渦、シート抵抗値のバラツキのすくない薄膜とする目的とする。

【課題を解決するための手段】

本発明の薄膜の形成方法は、制御された投入電力により発生する高周波励起プラズマ下で基板に薄膜を形成する薄膜の形成方法において、成膜初期に該投入電力を目的電力より低く設定して該基板表面に初期成膜層を形成する初期成膜工程と、該投入電力を該目的電力に設定して初期成膜層表面に本成膜層を形成する本成膜工程と、を順次おこなうことを特徴とする。

この薄膜の形成方法は、プラズマを形成してイオンブレーティングやスパッタリングにより薄膜を

製造する場合に適用できる。

成膜は、まず投入電力を目的電力より低く設定された領域で形成される高周波励起プラズマのもとで開始する。ついで投入電力を高めてゆき、目的電力に達するまでの間に形成される初期成膜層と、投入電力が目的電力下で初期成膜層の表面に成膜される本成膜層とに分けて成膜する。

高周波励起によるプラズマの安定性は、投入電力に対する反射電力の変動に左右される。成膜開始時蒸発材料のシャッターを開放すると反射電力が変動する。そのためプラズマが不安定となる。第3図に示すシャッター開放直後の反射電力の値とその変動幅を投入電力との関係のグラフによると、投入電力が小さい時は反射電力は小さく、変動も少ない。しかし投入電力が大きくなると反射電力も大きくなり変動値すなわち最大値と最小値の幅も大きくなる。したがって、成膜開始時はプラズマを安定させるには投入電力を小さくすることが望ましい。

そこで初期成膜工程では高周波励起プラズマの

投入電力を低く設定し、成膜しようとする薄膜の膜厚と必要とする膜特性に基づき投入電力の上昇率を調整する。この投入電力の値は、たとえば、投入電力を100W以下に設定して開始し、所定の初期成膜層の膜厚となるまでに目的の電力値になるように徐々に高めるか、あるいは段階的に高めてもよい。初期成膜層の膜厚は成膜しようとする薄膜の可視光線透過率の低下を引き起こさないように決定しなければならない。

なお、この初期成膜層と本成膜層とは連続して形成されているものでありその間に境界面はなく説明の便宜上分けたものである。

投入電力の上昇率はプラズマの安定性を保持するために10W/s以下であることが望ましい。投入電力の上昇率は、(目的の投入電力 - 初期投入電力W) / (初期成膜層厚さ (nm) / 成膜速度 (nm/s)) で算出される。

本成膜工程では、所定の電力値に保持してプラズマを安定させて酸素との反応をおこなわせて、初期成膜層に連続して本成膜層を成膜する。

薄膜成分としては、ITO（酸化インジウム-錫）、酸化錫-酸化アンチモン（3重量%）、酸化亜鉛-アルミナ（1重量%）などが利用できる。

#### [作用]

本発明の薄膜の形成方法では、高周波励起プラズマを形成する投入電力を成膜開始時には低く設定し徐々に高めて所定の値とする初期成膜工程と、所定の投入電力に保持して成膜をおこなう本成膜工程からなる。このため初期成膜工程で起きやすい高周波励起の反射電力の変動を抑制でき、安定なプラズマが形成維持できる。その結果基板表面に均一に結晶核が形成されて成長が進み成膜層が形成されるので、初期成膜層の不具合に基づく薄膜の白濁やシート抵抗値のバラツキを抑制することができる。

#### [実施例]

以下、実施例により具体的に説明する。

第1図に本発明の基板上に薄膜形成した状態の断面模式図を示す。ガラス基板1にITO膜2が形成され、このITO膜2は見掛け上の区別はで

きないが初期成膜層21と本成膜層22とからなっている。

成膜成分として5重量%の酸化錫を含む酸化インジウムのペレットを蒸発源とし、厚さ2.0nmのガラス基板上にイオンプレーティング法でITO膜を形成した。

成膜には、通常の高周波励起プラズマイオンプレーティング装置を使用した。

成膜条件は、基板温度300℃、成膜時反応槽内の圧力は酸素ガス導入により $4.0 \times 10^{-3}$ Pa、成膜速度が1nm/s、膜厚が初期成膜層21と本成膜層22との合計で300nmとした。

第2図に各成膜工程における高周波励起出力と膜厚および成膜時間との関係を線グラフに示す。

初期成膜工程では、高周波励起プラズマの投入電力はシャッター開放時の成膜開始時を50Wにし、次いで3W/sの上昇率で投入電力を増加させていき、膜厚が50nmになったところで目的電力としての200Wとなるようにした。投入電力が50Wのときの反射電力は3Wで、シャッタ

-開放時の変動も±2Wで成膜には影響しないレベルであった。

投入電力の上昇率は200(W)-50(W)/初期成膜層厚さ(nm)/1(nm/s)=150/50(W/s)で算出した。初期成膜層の厚さが15nm以下のときは投入電力の上昇率が10W/s以上となり急激な変化となるためにプラズマが不安定になり膜特性が低下するので好ましくない。

本成膜工程は、投入電力を200Wに保ち膜厚が300nmになるまで成膜を続けた。得られた薄膜のシート抵抗値は、 $10 \pm 1.5 \Omega/\square$ とバラツキが少なかった。また薄膜の可視光線透過率は86%以上であった。

この方法によりシート抵抗値の再現性がよく白濁の発生のない透明導電性薄膜が得られる。

#### (試験例)

上記の装置を用い成膜材料の蒸発部のシャッターを開放した直後の投入電力と反射電力の関係およびその変動の最大値と最小値を調べた。結果を

第3図に示す。この線グラフによると投入電力が高くなると変動幅が大きくなる。変動最大値が10%を越えないことを基準とすると初期成膜工程における投入電力は100W以下であればプラズマの乱れは成膜に悪影響を与えない範囲であった。

次に初期成膜層21の膜厚を変えた300nmのITO膜を作成し、薄膜2のシート抵抗値のバラツキと可視光線透過率との関係を調べた。結果を第4図に示す。シート抵抗値のバラツキというのは、シート抵抗値の面内分布における最も平均値からはずれていたものと平均値との差の絶対値である。初期成膜層21の厚さが10nm以上となるとシート抵抗値のバラツキは減少している。

一方薄膜2の透明性は投入電力が低い場合は、プラズマ中での酸素ガスとの反応が不充分となるので初期成膜層21中の酸素含有量が減少してITO膜の透明性が失われる。したがって薄膜2中の初期成膜層21が厚くなると可視光線透過率が低下していく。この可視光線透過率は70%以上であることが必要で第4図より初期成膜層の厚さ

BEST AVAILABLE COPY

特開平3-193868 (4)

は10~100nmの範囲が好ましいことを示している。

投入電力の上昇率は、初期の投入電力と所定の電力値の差、初期成膜層の膜厚および成膜速度に左右される。投入電力値の差が決まれば初期成膜層の膜厚と成膜速度により決まる。したがって、上記範囲内で、透明性が保てるように初期成膜層の膜厚と成膜速度を決定する。

なお、薄膜の膜厚が小さく初期成膜層の厚さが本成膜層の厚さに近付いてしまうような場合には、初期成膜層の影響が大きく、シート抵抗値、透過率などが希望の特性が得られないことがある。そのような場合には、低投入電力特にプラズマ中の酸素ガスとの反応不充分を補うために初期成膜工程では、導入酸素ガス圧を高くして成膜を開始し、投入電力の上昇と同時に酸素ガス圧も所定の値まで減少させていくようにすることもできる。高周波励起プラズマはガス圧が高いとその安定性が高まるので、成膜初期のプラズマをより安定させる効果もある。

周波励起プラズマの投入電力と薄膜の膜厚との関係の線グラフであり、第3図はシャッター開放時の投入電力と反射電力およびその変動幅の線グラフであり、第4図は初期成膜層の膜厚と薄膜のシート抵抗値のバラツキおよび可視光線透過率の関係の線グラフである。

1…ガラス基板 2…ITO膜  
21…初期成膜層 22…本成膜層

特許出願人 トヨタ自動車株式会社  
代理人 弁理士 大川 宏

高周波励起の投入電力の上昇率は、反射電力の安定性が保てる範囲内(10W/S以下)であれば直線的、曲線的あるいは段階的に変化させても良い。

#### [効果]

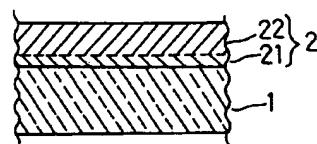
本発明では初期成膜工程で高周波励起の投入電力を、低く設定し上昇させて目的の値とする。このため反射電力の変動が小さく高周波励起プラズマが安定した状態を保つことができる。したがって、初期成膜時に基板表面での核形成が均一に行なわれるようになり、得られる薄膜の白渦やシート抵抗値のバラツキを大幅に減少させることができる。その結果優れた透明導電性薄膜が得られる。

また高周波励起プラズマが安定化するので同一条件に設定した成膜においても、再現性が確保でき所望の特性の薄膜が安定に形成され、歩留りが向上し生産性が向上する。

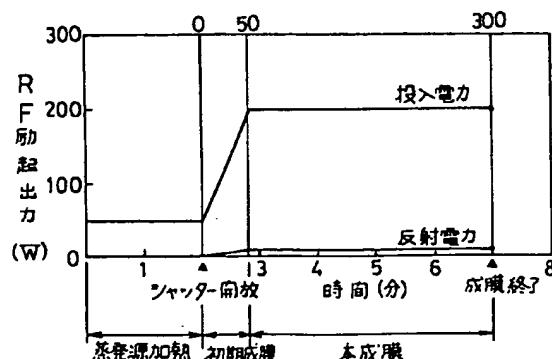
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は実施例で形成される透明導電性薄膜の断面模式図であり、第2図は実施例の工程での高

第1図

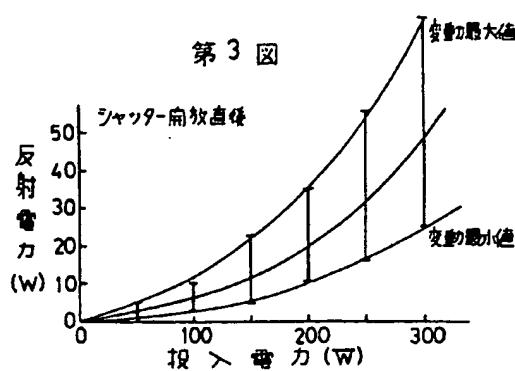


第2図



BEST AVAILABLE COPY

第3図



第4図

